

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-306181

(43) 公開日 平成7年(1995)11月21日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 N 27/447				
21/05				
H 0 1 L 21/306				
			G 0 1 N 27/ 26	3 3 1 Z
			H 0 1 L 21/ 306	A
			審査請求 未請求	請求項の数 2 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平6-99644

(22) 出願日 平成6年(1994)5月13日

(71) 出願人 390029791

アロカ株式会社

東京都三鷹市牟礼6丁目22番1号

(72) 発明者 桂 秀嗣

東京都三鷹市牟礼6丁目22番1号 アロカ株式会社内

(72) 発明者 木原 泰三

東京都三鷹市牟礼6丁目22番1号 アロカ株式会社内

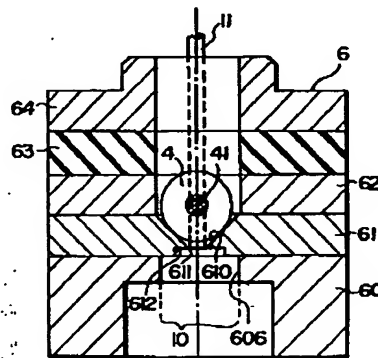
(74) 代理人 弁理士 吉田 研二 (外2名)

(54) 【発明の名称】 キャピラリー式電気泳動装置用検出窓の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 キャピラリー式電気泳動装置に使用される検出窓61に断面V字型の位置決め溝610及びスリット611を簡易にかつ迅速に形成する。また、前記スリット611の加工精度を向上する。

【構成】 検出窓61において、基板の裏面側に裏溝612を形成し、かつ表面側に裏溝612を横切る断面V字型の位置決め溝610を形成する。検出窓61には前記位置決め溝610の形成と同時に位置決め溝610のV字型溝の頂部を裏溝612の溝底面が横切る境界にスリット611が形成される。また、前記裏溝612の溝底面にエッチングストップ層を形成し、V溝エッチングの深さ方向の進行を実質的に停止してスリット611の形状変形を減少する。



- 4: キャピラリー
- 6: 検出窓ユニット
- 60: 台座
- 61: 検出窓
- 610: 位置決め溝
- 611: スリット
- 612: 裏溝
- 62: 保護用板
- 63: 押さえ用弾性体
- 64: 押さえ板

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 測定光発生器と測定光検出器との間に配置され、キャピラリーへ照射する測定光を絞込むスリットが位置決め溝中央に形成された検出窓の製造方法において、

基板の裏面側に、スリット長に対応した縦方向の開口幅を有しかつ少なくともスリット幅より大きい横方向の開口幅を有する裏溝を形成する裏溝形成工程と、前記基板の表面側に、前記縦方向に沿って断面V字型の位置決め溝を形成する位置決め溝形成工程と、

を含み、前記位置決め溝の頂部を前記裏溝の底面が横切る境界に前記スリットが形成されることを特徴とする検出窓の製造方法。

【請求項2】 測定光発生器と測定光検出器との間に配置され、キャピラリーへ照射する測定光を絞込むスリットが位置決め溝中央に形成された検出窓の製造方法において、

基板の裏面側に、スリット長に対応した縦方向の開口幅を有しかつ少なくともスリット幅より大きい横方向の開口幅を有する裏溝を形成する裏溝形成工程と、

前記裏溝の底面の表面層にエッチングストッパ層を形成するエッチングストッパ層形成工程と、

前記基板の表面側に、前記縦方向に沿って断面V字型の位置決め溝を異方性エッチングで形成する位置決め溝形成工程と、

前記エッチングストッパ層を除去するエッチングストッパ層除去工程と、

を含み、前記位置決め溝の頂部を前記裏溝の底面が横切る境界に前記スリットが形成されることを特徴とする検出窓の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、キャピラリー（細管）内を泳動する蛋白質、DNA等の試料の分析を行う

キャピラリー式電気泳動装置（細管式電気泳動装置）に使用される検出窓の形成方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、図14に示すキャピラリー式電気泳動装置が知られている。このキャピラリー式電気泳動装置においては、測定光発生器1で発生させた光が図示しない分光部を通して検出窓3に入射され、この検出窓3で光の取り込み範囲が制限される。分光部は回折格子、各種光学フィルタ等によって構成され、所望の波長の単色光が選別される。前記検出窓3はキャピラリー4の中心部分を通る光のみを取り込める。前記分光部で特定の単色光が選別され、かつ検出窓3で取り込み範囲が制限された光はキャピラリー4内の試料を含む泳動媒体を通過し、この泳動媒体を通過した光の強度が測定光検

2

出器5で測定される。この測定光検出器5での測定結果に基づいて泳動媒体の吸光度が計算され、試料の分析が行われる。

【0003】 図14中、符号20及び23は電極槽、符号21及び24は電解質溶液、符号22及び25は電極である。また、符号26は電源、符号27はアース、符号28は電流計である。

【0004】 図15に示すように、従来の検出窓3は矩形断面の位置決め溝30及び細長状スリット31を有する。位置決め溝30はキャピラリー4の位置決めを行い、かつキャピラリー4の保持を行う。スリット31は位置決め溝30の中心部分に所望のサイズで形成される。このスリット31は検出窓3に入射する光10の取り込み範囲を制限し（絞込みを行い）、キャピラリー4内の試料を含む泳動媒体41のみを通過する光11が生成される。

【0005】 前記検出窓3のスリット31は前述のように光10の取り込み範囲を制限しているが、これは以下の理由に基づく。

【0006】 吸光度は光が泳動媒体41を通過する距離、すなわち光が通過した光路長に比例する。逆に言うと、光路長が変化すると同一の泳動媒体41で測定しても吸光度に変化が生じ、吸光度は安定に測定されない。キャピラリー4は断面が円形であるために光幅や光の通過位置が変化すると光路長も変化する。つまり、キャピラリー4を通過する光を精度良く規定しないと、吸光度の測定精度が低下する。

【0007】 また、試料のすべての部分に光が通過するように光幅をキャピラリー4の内径より大きくすると、泳動媒体41を通過する光に対して泳動媒体41以外のキャピラリー4を通過する光の割合が増加する。キャピラリー4は、通常、石英で製作されるので、泳動媒体41を通過し吸収される光の割合に対してキャピラリー4を通過するが吸収されない光の割合が大きくなり、吸光度の検出感度が低下する。

【0008】 以上説明したように、検出窓3のスリット31はキャピラリー4に入射する光10の取り込み範囲を制限し、キャピラリー4に入射する光11の光幅が泳動媒体41のみを通過するように精度よく制限されるので、高い測定精度及び検出精度が保証される。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】 前記図15に示す従来の検出窓3において、スリット31に対するキャピラリー4の位置決めは矩形断面形状の位置決め溝30で行われる。位置決め溝30は機械加工で形成されるので、加工精度及び加工の際の許容寸法公差に相当する分、位置決め溝30の溝幅寸法がキャピラリー4の直径寸法に比べて大きくなる。つまり、位置決め溝30とキャピラリー4との間に隙間が発生し、スリット31の中心位置に対してキャピラリー4の中心位置にずれ量が生じる。

このため、スリット31で規定された光11のキャピラリー4を通過する光路長が変化するので、吸光度の測定精度が低下する。

【0010】そこで、このような問題点を解決するため、前記検出窓3の矩形断面形状の位置決め溝30に代えて、断面形状をV字形状に形成した位置決め溝を検出窓3に採用すべく、本発明者は検討を行った。この検討が行われた検出窓の位置決め溝においては、左右対称な傾斜面で形成される2つの溝内壁面の対称中心位置（又は対称中心軸）とスリットの中心位置とが一致する。つまり、この検出窓3の位置決め溝にキャピラリー4を保持するだけで、スリットの中心位置とキャピラリー4の中心位置との間の位置合わせが高精度に行える。

【0011】しかしながら、現在のところ検出窓3を簡易にかつ高精度に形成できる方法が見出されていない。

【0012】本発明は、上記課題を解決するためになされたものであり、キャピラリー式電気泳動装置に使用される検出窓に断面V字型の位置決め溝及びスリットを簡易にかつ高精度に形成する方法の提供を目的とする。

【0013】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、請求項1に係る発明は、測定光発生器と測定光検出器との間に配置され、キャピラリーへ照射する測定光を絞り込むスリットが位置決め溝中央に形成された検出窓の製造方法において、基板の裏面側に、スリット長に対応した縦方向の開口幅を有しかつ少なくともスリット幅より大きい横方向の開口幅を有する裏溝を形成する裏溝形成工程と、前記基板の表面側に、前記縦方向に沿って断面V字型の位置決め溝を形成する位置決め溝形成工程と、を含み、前記位置決め溝の頂部を前記裏溝の底面が横切る境界に前記スリットが形成されることを特徴とする。

【0014】また、請求項2に係る発明は、測定光発生器と測定光検出器との間に配置され、キャピラリーへ照射する測定光を絞り込むスリットが位置決め溝中央に形成された検出窓の製造方法において、基板の裏面側に、スリット長に対応した縦方向の開口幅を有しかつ少なくともスリット幅より大きい横方向の開口幅を有する裏溝を形成する裏溝形成工程と、前記裏溝の底面の表面層にエッチングストッパ層を形成するエッチングストッパ層形成工程と、前記基板の表面側に、前記縦方向に沿って断面V字型の位置決め溝を異方性エッチングで形成する位置決め溝形成工程と、前記エッチングストッパ層を除去するエッチングストッパ層除去工程と、を含み、前記位置決め溝の頂部を前記裏溝の底面が横切る境界に前記スリットが形成されることを特徴とする。

【0015】

【作用】請求項1に係る発明においては、前記基板の裏面側に裏溝を形成し、かつ前記基板の表面側に断面V字型の位置決め溝を形成するだけで、検出窓に断面V字型

の位置決め溝及びスリットが同時に形成される。従って、検出窓に簡易かつ高精度に断面V字型の位置決め溝及びスリットが形成できる。

【0016】また、請求項2に係る発明においては、前記請求項1に係る発明の作用の他に、前記エッチングストッパ層で異方性エッチングの深さ方向の進行を実質的に停止して位置決め溝の局所的な貫通を防止し、かつ貫通と同時にエッチング液が回り込むために発生するスリットのエッチング端での横方向の急速なエッチングが防止される。従って、前記スリットの形状の変形が極力減少し、かつスリットの形状の揺らぎが防止されるので、スリットの形状に高い直線性が得られ、かつスリットの加工精度が向上する。

【0017】

【実施例】以下、図面に基づき本発明の好適な実施例を説明する。

【0018】本発明に係るキャピラリー式電気泳動装置に装備される検出窓ユニットの構成を図1及び図2に示す。なお、本実施例のキャピラリー式電気泳動装置の基本構造は前述の図14に示した基本構造と実質的に同一であるので、ここでの説明は省略する。

【0019】図1及び図2に示すように、キャピラリー式電気泳動装置に装備される検出窓ユニット6は台座60、検出窓（検出窓本体）61、保護用板62、押さえ用弾性体63及び押さえ板64で構成される。

【0020】前記台座60は前記検出窓61をキャピラリー式電気泳動装置の筐体に取り付ける。この形状に限定されないが、台座60は厚みのある円板形状で構成される。台座60の一方の表面（キャピラリー式電気泳動装置に装着した時に測定光検出器側となる面）において、中央部分に検出窓61を収納する検出窓収納部601が構成される。また、この検出窓収納部601を横切る位置にキャピラリー配置部602が構成される。検出窓収納部601は、図2中、上面側から見て方形状で形成される。この方形状の各角部において逃げ領域が構成される。逃げ領域は検出窓収納部601への検出窓61の取り付けを容易に行い、かつ検出窓収納部601からの検出窓61の取り外しを容易に行うために構成される。

【0021】また、前記台座60には前記一方の表面から他方の表面（キャピラリー式電気泳動装置に装着した時に測定光発生器側となる面）に貫通する取付け穴603及び光導入孔606が構成される。前記取付け穴603にはねじ607が通され、ねじ607はキャピラリー式電気泳動装置の筐体に台座60を取り付けるためのものである。光導入孔606は検出窓収納部601の中央部分において貫通されており、測定光発生器からの光11が検出窓61側に取り入れられる。

【0022】また、前記台座60の一方の表面の周縁に沿った部分に位置決めピン604及びねじ穴605が構

10

20

30

40

50

成される。位置決めピン604は台座60と押さえ板64との間の位置合わせを行うためのものである。ねじ穴605にはねじ608が通され、ねじ608により台座60に押さえ板64が取り付けられる。

【0023】前記台座60は加工が容易で軽量な材料、例えばアルミニウム系合金材で形成される。

【0024】前記検出窓61は、この形状に限定されないが、図3に示すように上面から見て方形状で構成される。検出窓61の測定光検出器側（表面側）の表面には位置決め溝610が構成され、測定光発生器側（裏面側）にはスリット611が構成される。

【0025】本実施例においては外形寸法375 μ m及び内径寸法100 μ mのキャピラリー4が使用される。このキャピラリー4の外表面には樹脂がコーティングされているので、最終的な外形寸法は400 μ mである。前記スリット611は位置決め溝610の中央部分に形成される。スリット611のスリット長さLは例えば500 μ mで形成され、スリット幅Wは例えば50 μ mに形成される。スリット611のスリット長さL方向（縦方向）は位置決め溝610の延在方向（検出窓61に保持されたキャピラリー4の軸方向）に一致する。スリット幅W方向（横方向）は位置決め溝610の幅方向と一致する。スリット611のスリット幅Wはキャピラリー4の内部に流れる試料だけに光が通過するサイズに設定され、しかも光の通過の際に光路長が変化しない程度のサイズに設定される。

【0026】図1及び図3に示すように、前記検出窓61の位置決め溝610の断面形状はV字型に構成される。この位置決め溝610の対向する2つの溝内壁面の中心位置（対称中心位置）とスリット611の中心位置とは一致するように構成される。さらに、前記位置決め溝610の対称中心位置及びスリット611の中心位置とスリット611で取り込み範囲が制限される光11の光軸とは一致している。

【0027】位置決め溝610の溝内壁面とスリット611が形成された裏溝612の溝底面とがなす角は本実施例において絶対値で54.7度に設定される。換言すると、位置決め溝610の溝内壁面と対称中心位置（光軸）とがなす角は絶対値で35.3度に設定される。

【0028】位置決め溝610は断面V字型により光軸（スリット611の中心位置）とキャピラリー4の中心軸とが一致するようにキャピラリー4を誘導する。そして、2つの対向する溝内壁面にキャピラリー4が密接され、かつキャピラリー4が保持された時点においてキャピラリー4の中心軸が光軸に一致し、キャピラリー4の位置決めが行われる。

【0029】前記検出窓61は例えば単結晶珪素基板（以下、単に基板という）で形成される。位置決め溝610は、詳細な形成方法については後述するが、例えば前記基板の特定の結晶面を選択的にエッチングする異方

性エッチングで形成される。スリット611は位置決め溝610の断面V字型の頂部を裏溝612の溝底面で横切る境界に形成される。裏溝612は例えば前記基板に異方性エッチングを施して（基板の位置決め溝610が形成された表面と反対の裏面から掘り下げて）形成される。この裏溝612はスリット611のスリット長Lを設定する縦方向の開口幅で形成され、かつスリット幅Wを設定する深さで形成される。前記スリット611の中心位置は自動的に位置決め溝610の対称中心位置に一致している。

【0030】前記検出窓61の位置決め溝610に保持されたキャピラリー4を押さえ板64で押さえ付けたときに、キャピラリー4の破損を防止し、かつ安定に保持するために保護用板62が構成される。前記押さえ用弾性体63は例えばゴムシートで形成される。この押さえ用弾性体63は保護用板62と同様にキャピラリー4の破損を防止し、かつキャピラリー4を安定に保持する。前記押さえ板64は前記押さえ用弾性体63を介してキャピラリー4を押さえ付け、このキャピラリー4は保持される。押さえ板64には中央部に光導入孔646が形成され、周縁に沿った部分にねじ607の頭部の逃げ穴643、取付け穴644及び位置決め穴645が構成される。押さえ板64は例えば前記台座60と同様にアルミニウム系合金で形成される。次に、前記検出窓61の形成方法を図4乃至図13に示す。なお、平面図においては加工後の形状を理解しやすくするために基板613の表面上に形成される被膜は省略する。

【0031】まず、基板613を準備する。基板613には、測定光検出器5側の表面及び測定光発生器1側の裏面が（100）面方位に設定された基板（シリコンウエハ）が使用される。基板613は例えば300 μ mの基板厚さのものを使用する。

【0032】次に、図4（A）及び（B）に示すように、基板613の表面及び裏面に熱酸化法等の手法で酸化珪素膜70を形成する。

【0033】次に、図5に示すように、基板613の裏面の中央部分において前記酸化珪素膜70にパターニングを施し、開口70Hを有するマスクを形成する。前記パターニングは、フォトリソグラフィ技術で形成されたエッチングマスクを使用し、ふつ酸水溶液で酸化珪素膜70をエッチングすることにより行われる。

【0034】次に、図6（A）及び（B）に示すように、基板613の裏面の中央部分において、前記マスクを使用し、裏面から基板厚さ方向に異方性エッチングを施して裏溝（彫込み用穴）612を形成する。裏溝612において、基板613の裏面から裏溝612の溝底面までの深さが約160 μ mで形成される。

【0035】前記異方性エッチングにはKOH等のアルカリ溶液又はEPW（エチレンジアミン・ピロカテコール・水）溶液のいずれかのエッチング溶液が使用され

る。基板の場合、この種の異方性エッチングの速度は結晶方位に依存して変化し、(100)結晶面でエッチング速度が速く、(111)結晶面でエッチング速度が遅くなる。エッチング速度差(エッチング選択比)は数十倍から数百倍に達する。したがって、理論的には傾斜角54.7度でエッチングが進行し、断面V字型にエッチングが行われる。エッチングの深さはエッチング溶液に浸漬する時間で制御される。

【0036】次に、図7に示すように、裏溝612が形成された領域において不純物拡散領域72を形成する。不純物拡散領域72はエッチングストップ層として使用される。例えば酸化珪素膜(マスク)70上にボロンガラス膜71を堆積した後、このボロンガラス膜71に含まれるボロンを基板613の表面層部分に拡散することにより、前記不純物拡散領域72が形成される。酸化珪素膜70によって不純物拡散領域72の形成領域が制限され、裏溝612の溝底面及び溝壁面の表面層に不純物拡散領域72が形成される。

【0037】次に、図8に示すように、前記ボロンガラス膜71及び酸化珪素膜70を除去する。この除去は例えばふっ酸水溶液で行われる。

【0038】その後、図9(A)及び(C)に示すように、基板613の表面及び裏面に熱酸化法等の手法を使用して酸化珪素膜73を形成する。

【0039】そして、図10(A)及び(C)に示すように、基板613の表面において前記裏溝612を横切るように前記酸化珪素膜73にパターンニングを施し、開口73Hを有するマスクを形成する。前記パターンニングは前述と同様に行われる。

【0040】次に、図11(A)、(B)及び(C)に示すように、基板613の表面の中央部分において、前記マスクを使用し、表面から深さ方向に異方性エッチングを施して位置決め溝610を形成する。つまり、異方性エッチングにおいては、(100)結晶面でエッチング速度が速く、(111)結晶面でエッチング速度が遅い。結果的に、位置決め溝610の溝内壁面には(111)結晶面が現われ、溝内壁面は54.7度の角度で形成される。

【0041】次に、図12に示すように、マスクとして使用した酸化珪素膜73を除去する。そして、図13(A)、(B)及び(C)に示すように、前記不純物拡散領域72が選択的に除去され、スリット611が完成する。この結果、検出窓61が完成される。なお、半導体ウエハプロセス技術と同様に前記基板613に複数の検出窓61を形成した場合においては、この後にダイシング処理が行われ、複数の検出窓61が個々に細分化され、同時に複数の検出窓61が形成される。

【0042】このように、前記基板613の裏面側に裏溝612を形成し、かつ前記基板613の表面側に前記裏溝612を横切る断面V字型の位置決め溝610を形

成するだけで、検出窓61に前記位置決め溝610及びスリット611が同時に形成される。従って、検出窓61に簡易かつ迅速に断面V字型の位置決め溝610及びスリット611が形成できる。

【0043】また、前記エッチングストップ層(72)でV溝エッチングの深さ方向の進行を実質的に停止して位置決め溝610の局部的な貫通が防止でき、かつこの貫通と同時にエッチング液が回り込んで発生するスリット611のエッチング端での横方向の急速なエッチングが防止できる。従って、前記スリット611の形状の変形が極力減少し、かつスリット611の形状の揺らぎが防止できるので、スリット611の形状に高い直線性が得られ、かつスリット611の加工精度が向上する。

【0044】また、前記検出窓61の形成に半導体ウエハプロセス技術を採用することにより、大量生産が実現でき、しかも複数の検出窓61において個々のばらつきが減少する。

【0045】また、前記検出窓61には常温において吸収端の波長が約1.1 μ mの赤外領域にある珪素が使用されるので、可視光領域より短波長の領域において電気泳動が実現できる。

【0046】

【発明の効果】以上説明したように、請求項1に係る発明によれば、キャピラリー式電気泳動装置に使用される検出窓に断面V字型の位置決め溝及びスリットを簡易に形成でき、かつ両者の中心位置が精度良く一致できる。

【0047】また、請求項2に係る発明によれば、前記効果に加えて、前記スリットの加工精度を向上できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係るキャピラリー式電気泳動装置に使用される検出窓ユニットの要部断面図である。

【図2】前記検出窓ユニットの分解斜視図である。

【図3】前記検出窓ユニットの検出窓の上面図である。

【図4】図4(A)は前記検出窓の形成方法を示す第1工程の要部断面図、図4(B)は検出窓の要部裏面図である。

【図5】前記検出窓の第2工程の要部断面図である。

【図6】図6(A)は前記検出窓の第3工程の要部断面図、図6(B)は検出窓の要部裏面図である。

【図7】前記検出窓の第4工程の要部断面図である。

【図8】前記検出窓の第5工程の要部断面図である。

【図9】図9(A)は前記検出窓の第6工程の要部断面図、図9(C)は検出窓の要部表面図である。

【図10】図10(A)は前記検出窓の第7工程の要部断面図、図10(C)は検出窓の要部表面図である。

【図11】図11(A)は前記検出窓の第8工程の要部断面図、図11(B)は検出窓の要部裏面図、図11(C)は検出窓の要部表面図である。

【図12】前記検出窓の第9工程の要部断面図である。

【図13】図13(A)は前記検出窓の第10工程の要

部断面図、図13(B)は検出窓の要部裏面図、図13(C)は検出窓の要部表面図である。

【図14】従来のキャピラリー式電気泳動装置の原理図である。

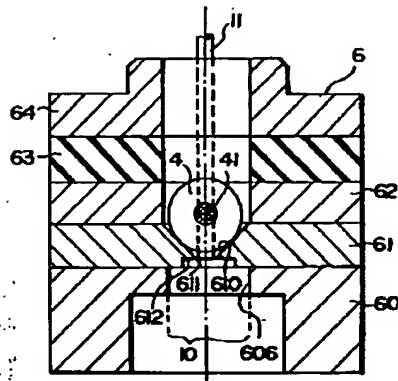
【図15】前記キャピラリー式電気泳動装置に使用される検出窓の要部断面図である。

【符号の説明】

- 1 測定光発生器
- 4 キャピラリー
- 5 測定光検出器
- 6 検出窓ユニット

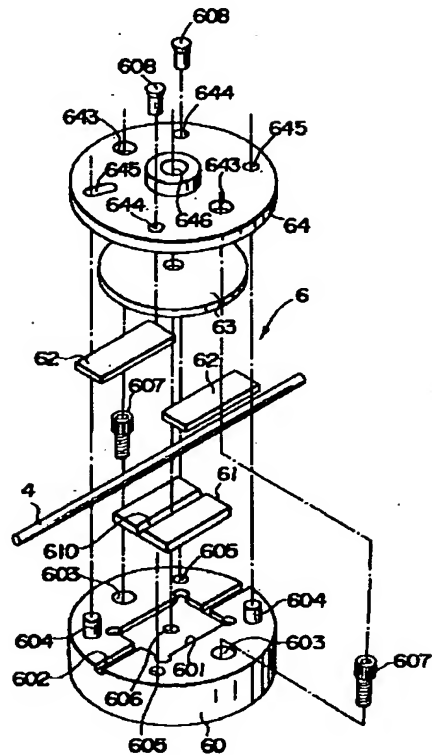
- 60 台座
- 61 検出窓
- 610 位置決め溝
- 611 スリット
- 612 裏溝
- 613 基板
- 62 保護用板
- 63 押さえ用弾性体
- 64 押さえ板
- 10 72 不純物拡散領域

【図1】

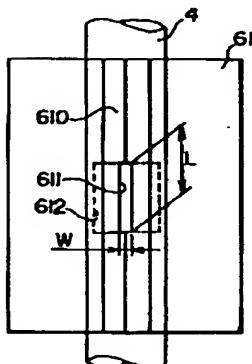


- 4: キャピラリー
- 6: 検出窓ユニット
- 60: 台座
- 61: 検出窓
- 610: 位置決め溝
- 611: スリット
- 612: 裏溝
- 62: 保護用板
- 63: 押さえ用弾性体
- 64: 押さえ板

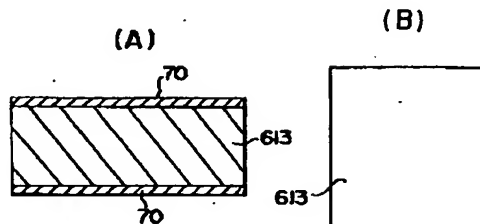
【図2】



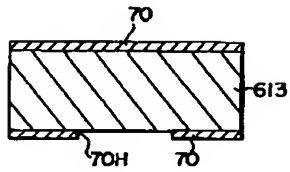
【図3】



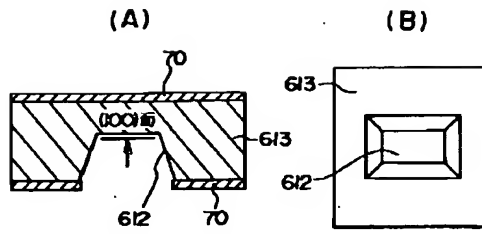
【図4】



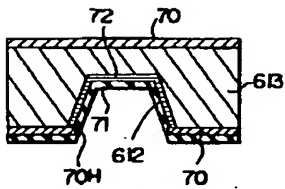
【図5】



【図6】

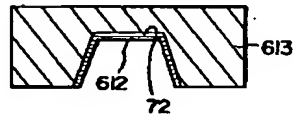


【図7】

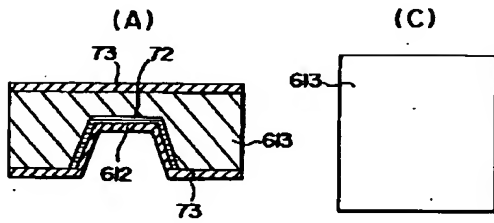


72: 不純物拡散領域

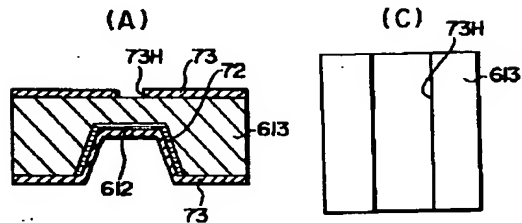
【図8】



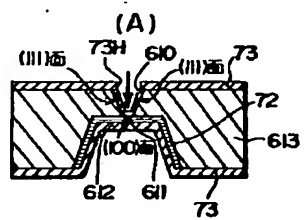
【図9】



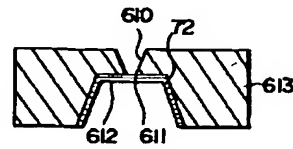
【図10】



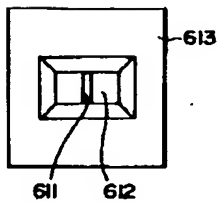
【図11】



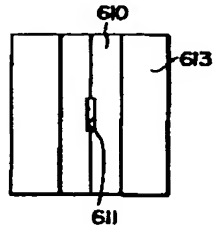
【図12】



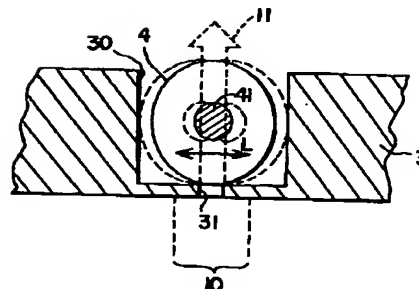
(B)



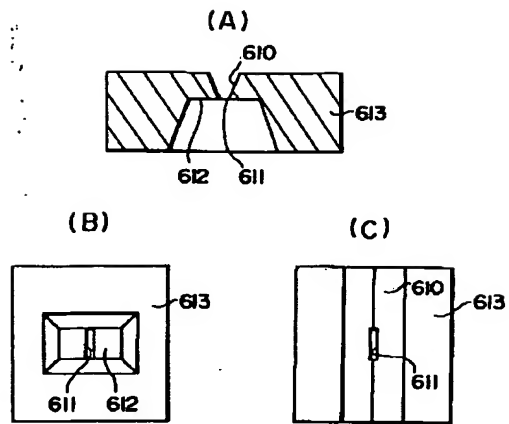
(C)



【図15】



【図13】



【図14】

